

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-130451

(43) 公開日 平成11年(1999) 5月18日

(51) Int.Cl.⁴

識別記号

F I

C 0 3 B 20/00

C 0 3 B 20/00

H 0 1 L 21/22

5 0 1

H 0 1 L 21/22

5 0 1 M

// H 0 1 L 21/02

21/02

Z

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願平9-314577

(22) 出願日

平成9年(1997)10月31日

(71) 出願人 000190138

信越石英株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目22番2号

(72) 発明者 稲木 恭一

東京都新宿区西新宿1丁目22番2号 信越
石英株式会社内

(72) 発明者 瀬川 徹

福島県郡山市田村町金屋字川久保88番地
信越石英株式会社石英技術研究所内

(74) 代理人 弁理士 服部 平八

(54) 【発明の名称】 半導体熱処理装置用石英ガラス治具

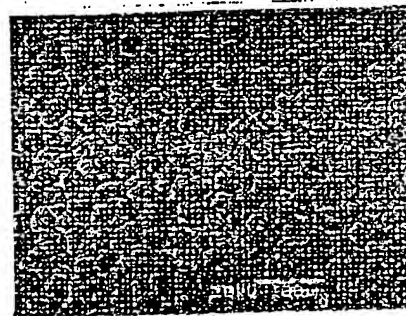
(57) 【要約】

(修正有)

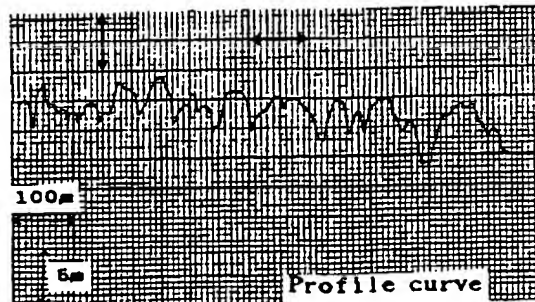
【課題】マイクロクラックがなく表面に微細な凹凸を有する半導体熱処理装置用石英ガラス治具を提供すること。

【解決手段】石英ガラスからなる治具であって、その表面が平均表面粗さ R_a 0.1~2 μ m、最大粗さ R_{max} 1~10 μ mにフロスト加工され、かつマイクロクラックがなく、5%弗酸溶液で洗浄したときの平均表面粗さの変化量が0.1 μ m/時間以下、最大粗さ R_{max} の変化量が1 μ m/時間以下、表面積増加率が100%以下であることを特徴とする半導体熱処理装置用石英ガラス治具。

図面代用写真



(a)



(b)

難となる。さらに、本発明の石英ガラス治具は、顕微鏡による目視でマイクロクラックの存在が確認できない。そのため5%弗酸溶液で洗浄したときの平均表面粗さ変化量が $0.1\mu\text{m}$ /時間以下、最大粗さ R_{max} 変化量が $1\mu\text{m}$ /時間以下で、5%弗酸溶液で10時間洗浄しても表面積増加率が100%以下となる。このように本発明の石英ガラス治具はマイクロクラックがないところからエッチング処理による表面積の増大がなく、ガス反応を一定にコントロールすることができる。前記表面積増加率が100%とは、表面積が2倍になることを意味する。特に、表面積が大きな面の石英ガラス治具ではガス反応に対する影響が大きく、また、Siウェーハ近傍で使用したとき表面積の変化がSiウェーハ表面への反応生成物の蒸着量を敏感に左右することになる。

【0008】上記例は、Siウェーハ上にpoly-Si膜を形成する工程について説明したが、本発明の石英ガラス治具は前記例にとどまらず、その他のCVD工程、例えばナイトライド膜を形成する工程、酸化膜を形成する工程でも有効に使用できる。

【0009】上記石英ガラス治具は、本発明者等が先に提案した石英ガラス表面に石炭、シリコンオイル等の有機化合物を約 $10\sim 50\mu\text{m}$ の薄膜に塗布したのち、HF溶液でエッチング処理する方法、または特開平7-267679号公報に記載の弗化水素、フッ化アンモニウム、水及び酢酸を含有する表面処理液で処理する方法等で製造できる。前記フロスト加工法では有機化合物の薄膜の厚さ、または弗化水素、フッ化アンモニウム、水及び酢酸を含有する表面処理液の組成比を変えることで任意の大きさの凹凸を容易に形成することができる。後者の表面処理液の組成比はフッ化水素とフッ化アンモニウムの合計含有量が10重量%以上25重量%未満、そのモル比がフッ化水素：フッ化アンモニウム=0.5：1ないし2：1、酢酸の含有量が40重量%ないし75重量%からなる。この表面処理液の調製にあつてはフッ化水素、フッ化アンモニウム及び水を含有する主液と酢酸からなる補助液を使用直前で混合するのがよい。これにより調製時に液温の上昇がなく成分の揮発による処理液組成の変動が抑えられ、安定した処理液が得られる。また、主液と補助液の比率が、処理によって得られる表面粗さにほぼ比例するという性質があるところから、治具の粗面の程度に応じて処理主液と補助液を混ぜ合わせればよく、粗面の程度を容易にコントロールできる。その上、処理液として使用するのに冷却を待つ必要がなく直ちに使用ができる利点もある。前記補助液の酢酸は98%以上が好ましく、これによって NH_4F や HF の含有量を低減しても処理能力が低下することがない。

【0010】

【発明の実施の形態】次に本発明の実施例について述べるがこれによって本発明はなんら限定されるものではない。

い。なお、実施例および比較例の平均粗さ R_a および最大粗さ R_{max} は、Surf-Com 300B（東京精密製）を用いて測定した結果をプロファイルカーブに描きその中心線を基準として求めた値である。さらに、表面積の変化量は比表面積測定器（ガス吸着法）で求めた値である。

【0011】

【実施例】

実施例1

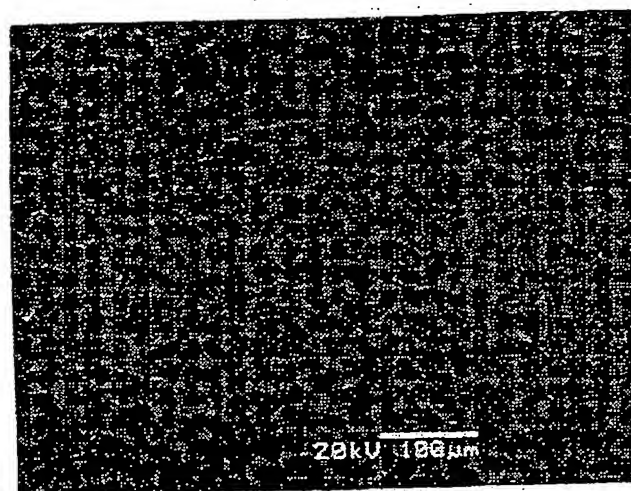
シリコンオイルを石英ガラスチューブ表面に刷毛で塗布したのち高速で回転して、余分のシリコンオイルを吹き飛ばし膜厚 $5\mu\text{m}$ のシリコンオイル膜を形成した。この石英ガラスチューブを25%HF溶液で60分のエッチング処理し、図1(a)に示すような表面に凹凸を有する石英ガラスチューブを得た。前記チューブのプロファイルカーブは図1(b)に示すとおりであった。このプロファイルカーブから求めた平均表面粗さ R_a は $0.5\mu\text{m}$ 、最大粗さ R_{max} は $2\mu\text{m}$ であった。同チューブを顕微鏡で観察したがマイクロクラックの存在が確認できなかった。前記石英ガラスチューブを5%HFで10時間エッチング処理したのち走査電子顕微鏡で観察したところ、図2(a)に示す表面凹凸であり、そのプロファイルカーブは図2(b)に示すとおりであった。前記プロファイルカーブから平均表面粗さ R_a および最大粗さ R_{max} を求めたところ、それぞれ R_a は $0.8\mu\text{m}$ 、 R_{max} は $4\mu\text{m}$ であり、表面積の変化率は約10%であった。この石英ガラスチューブを用いてSiウェーハ上に SiH_4 を原料とし、 600°C のCVD工程でpoly-Si膜を $10\mu\text{m}$ 蒸着し、それを弗化水素酸と硝酸との混合液でエッチングしたが、表面積には大きな変化がなかった。そこで、さらに SiH_4 を原料とするCVD工程でpoly-Si膜をSiウェーハ上に形成したところ、蒸着速度に変化がみられなかった。なお、前記poly-Si膜の蒸着膜厚はエリアソメーターで測定した。

【0012】比較例1

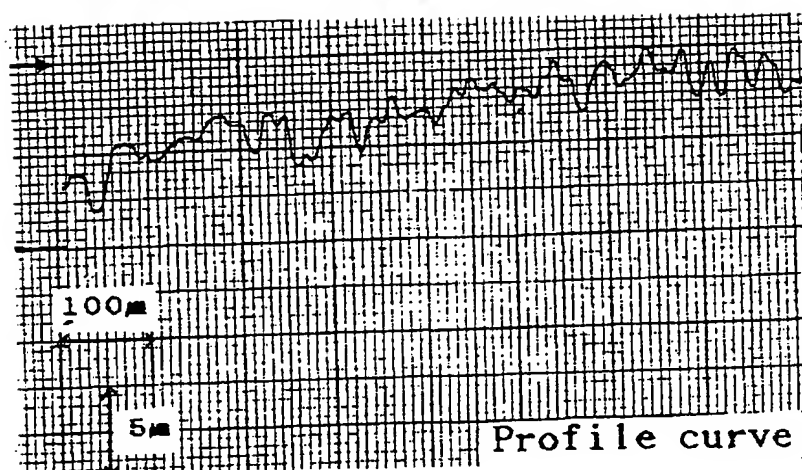
石英ガラスチューブ表面に粒径 $250\mu\text{m}$ のグリーンカーボン粒子を吹き付け石英ガラスチューブ表面を凹凸を形成した。得られた石英ガラスチューブの表面は図3(a)のとおりであり、そのプロファイルカーブは図3(b)に示すとおりであった。そして前記図3(b)から求めた平均表面粗さ R_a は $2\mu\text{m}$ 、最大粗さ R_{max} は $10\mu\text{m}$ であった。顕微鏡による観察ではマイクロクラックが多数確認された。前記石英ガラスチューブを5%HFで10時間エッチング処理したところ、石英ガラスチューブの表面は図4(a)のとおり大きな凹凸に変化し、表面積の変化率は約300%であることが確認された。また、そのプロファイルカーブは図4(b)に示すとおりであり、それから求めた平均粗さ R_a は $5\mu\text{m}$ 、最大粗さ R_{max} は $50\mu\text{m}$ であった。この石英ガラスチ

【図2】

図面代用写真



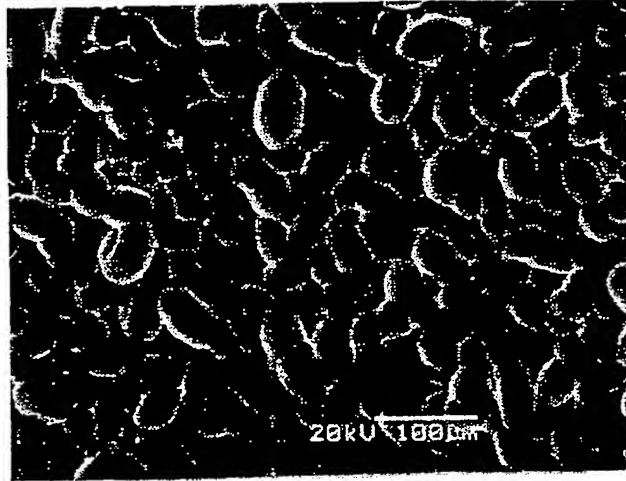
(a)



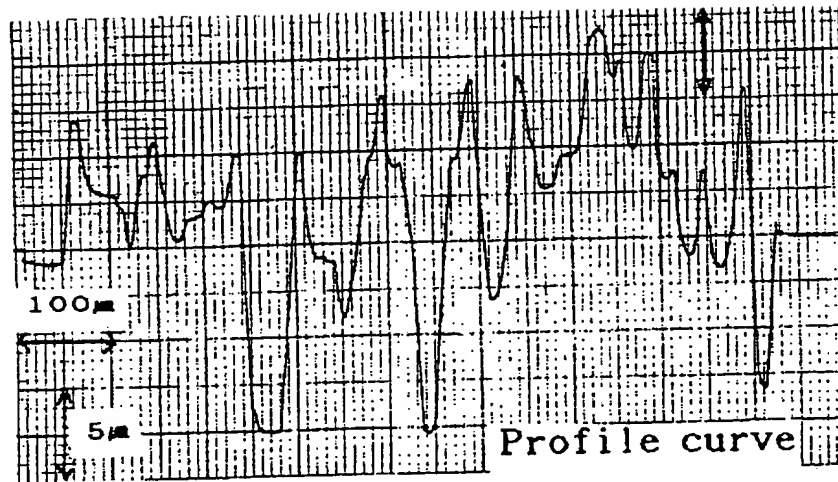
(b)

【図4】

図面代用写真



(a)



(b)